

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-006361

(43)Date of publication of application : 10.01.1995

(51)Int.Cl. G11B 5/82  
C03G 15/00  
G23F 1/12  
G23F 1/20

(21)Application number : 05-199264

(71)Applicant : ITOCHU CORP  
MORISANE TOSHITOMO

(22)Date of filing : 16.07.1993

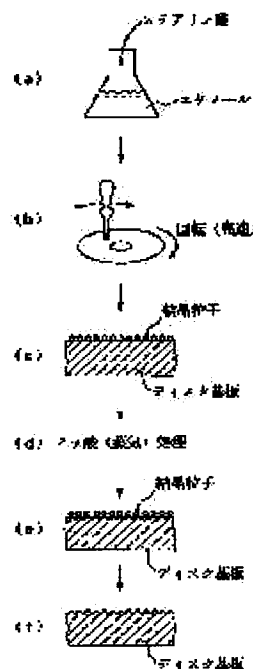
(72)Inventor : MORISANE TOSHITOMO  
YOSHIDA YUKO  
AWAZU KOICHI

## (54) RECORDING DISK SUBSTRATE AND MAGNETIC RECORDING DISK

## (57)Abstract:

PURPOSE: To form a uniform fine rugged shape in the surface of a substrate and to attain high density recording.

CONSTITUTION: The surface of a glass or Al substrate is polished and fine crystals of an org. or inorg. compd. are uniformly dispersed on the polished surface. Parts at which the fine crystals keep contact with the surface are formed and vapor phase or liq. phase etching is carried out with an etchant.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-6361

(43) 公開日 平成7年(1995)1月10日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 5/82		9196-5D		
C 0 3 C 15/00	Z			
	A			
C 2 3 F 1/12		8414-4K		
1/20		8414-4K		

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 7 頁)

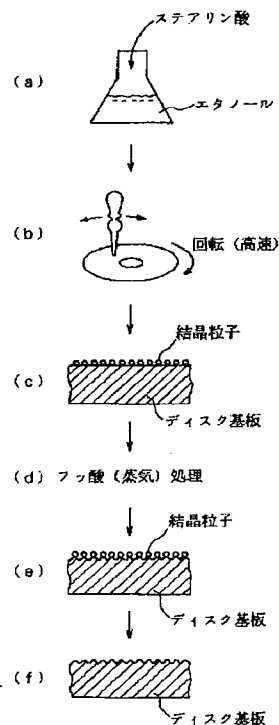
(21) 出願番号	特願平5-199264	(71) 出願人	000000147
(62) 分割の表示	特願平1-257437の分割		伊藤忠商事株式会社
(22) 出願日	平成1年(1989)10月2日		大阪府大阪市中央区久太郎町四丁目1番3号
		(71) 出願人	592217842
			森実 敏倫
			東京都練馬区羽沢2丁目26番12号
		(72) 発明者	森実 敏倫
			東京都練馬区羽沢2-26-12
		(72) 発明者	吉田 祐幸
			宮城県気仙沼市字赤岩石甲155-2
		(72) 発明者	栗津 浩一
			埼玉県川口市芝中田1-23-23
		(74) 代理人	弁理士 菅 直人 (外1名)

(54) 【発明の名称】 記録ディスク基板及び磁気記録ディスク

(57) 【要約】

【目的】 表面に均一かつ微細な凹凸形状が設けられている記録ディスク基板及び磁気記録ディスク

【構成】 ガラス基板又はアルミニウム基板の表面を研磨したのち、その表面に有機化合物又は無機化合物の微細な結晶を均一分散させて、その微細結晶が表面に接触している部分を形成させ、エッチング剤により気相又は液相でエッチング処理する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ディスク基板の表面上に微細結晶を均一分散させてエッチング処理された基板であって表面に微細な凹凸形状が設けられていることを特徴とする記録ディスク基板。

【請求項2】 ディスク基板がガラス基板又はアルミニウム基板である請求項1記載の記録ディスク基板

【請求項3】 凹凸形状の深さが50～5000オングストロームである請求項1記載の記録ディスク基板。

【請求項4】 磁気記録媒体が施膜されているディスク基板の表面上に微細結晶を均一分散させてエッチング処理された磁気記録ディスクであって表面に微細な凹凸形状が設けられていることを特徴とする磁気記録ディスク。

【請求項5】 ディスク基板がガラス基板又はアルミニウム基板である請求項4記載の磁気記録ディスク。

【請求項6】 凹凸形状の深さが50～5000オングストロームである請求項4記載の磁気記録ディスク。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は表面に均一で微細な凹凸形状が設けられている記録ディスク基板及び磁気記録ディスクに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 磁気記録の分野において高記録密度を有するハード磁気ディスクは、平滑な表面を有する基板上に高い飽和磁気密度の記録媒体、例えばCo-Cr、Co-Ni等の金属磁性薄膜を有している。しかし、表面が極めて平滑であるため空気中の水分等の介在により磁気ヘッドと記録媒体が吸着を起し、その結果磁気ヘッドクラッシュを惹起するという問題（マイクロトライボロジー問題）がある。

【0003】 この問題を解決するために、従来は、表面の摩擦係数を低下させる方法、例えばCo-Cr磁性薄膜の表面をわずかに酸化させたり、基板表面に固体潤滑材料（例えばカーボン膜）や液体潤滑剤を設ける等の方法によって、表面の摩擦係数を低下させた磁気記録ディスク等が用いられていた。

【0004】 また、ディスク基板表面をテーブラップあるいは研磨によってテクスチャリング処理（基板表面の表面粗度を高める処理）をほどこし、いわゆるメカニカルテクスチャリングにより基板表面の面粗度を悪くしたディスク基板もある。

【0005】 あるいはまた、化学組成の限定された多成分ガラスの表面に、化学的エッチング法または機械的研磨法もしくは両者の併用によって凹凸を形成させたガラス基板上に磁性膜を設けた磁気記録媒体（特開昭64-42025号公報）、表面粗さが高さの最高値で0.03～0.5μである結晶性高分子からなるしわ状突起を有する支持体上に磁性薄膜層を形成させた磁気記録媒体（特開昭53-116115号公報）等が提案されてい

る。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記のメカニカルテクスチャリング処理はバリ等の発生、不規則な凹凸などのため部分的な表面粗さ（Ra）の差が大きく摺動中にディスク基板にキズが入り易い欠点を有する。そして、そのため磁気ヘッドを磁気記録媒体に十分に接近させることができず、高密度記録を実現するに必要な磁気ヘッドの低浮上化を困難にしているばかりか耐CSS（コンタクト・スタート・ストップ）性でも問題がある。

【0007】 また、上記特開昭64-42025号公報に記載の磁気記録媒体は、多成分ガラス基板（即ちアモルファス基板）の表面に従来の方法を用いて凹凸を設けたもので、ガラスの化学的組成の限定のみでは、例えば図3に示したような樹木状のエッチングパターンとなり、均一な凹凸を形成させたガラス基板を得ることはなかなか困難なことである。一方特開昭53-116115号公報記載のものは、結晶性高分子の塗布フィルムの加熱乾燥による収縮変動を利用してしわ状突起が形成されたもので、この基板及び磁気ディスクも前者と同様に高密度記録を実現する効果を十分に発揮するものとはいえない。

【0008】 本発明は、上記の事情に鑑みてなされたものであって、フォトリソの基本的な考え方に基づくテクスチャリング技術により基板表面上に均一かつ、規則的な凹凸を形成させて上記問題点を解消した記録ディスク基板及び磁気記録ディスクを提供するものである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明は、ディスク基板の表面上に微細結晶を均一分散させてエッチング処理された基板であって表面に微細な凹凸形状が設けられていることを特徴とする記録ディスク基板である。さらに詳しく言うと、本発明の記録ディスク基板表面の微細な凹凸形状は、ガラス基板又はアルミニウム基板の表面を研磨した後、その表面に微細結晶を均一に分散して、表面上に該微細結晶が接触している部分を形成させ、エッチング剤により気相又は液相でエッチング処理することによって基板表面上に均一で微細な凹凸形状が形成されているものである。

【0010】 本発明のディスク基板はガラス基板・アルミニウム基板のいずれであってもよく、特に、ガラス系基板は硬度が高く、耐薬品性・機械的強度・耐摩耗性を必要とするディスク基板には好ましい結果となる。

【0011】 ディスク基板表面に分散させる微細結晶は、有機化合物又は無機化合物の微細結晶が用いられる。有機化合物としては、例えばステアリン酸の微結晶等、また無機化合物としては、例えば金、ホウ素、スズ等の酸化物及びシリカ等の微結晶が好適に用いられる。

【0012】 微細結晶を基板表面（表面研磨Ra 10～

50 オングストローム) に均一分散させた状態においては、基板表面上には微細結晶が基板に接触している部分と、微細結晶が基板に接触していない部分とが均一に配分されているので、隣接する微細結晶間において局所的空間が形成されている。この状態において基板表面をエッチング処理すると、上記非接触部分は上記の接触部分よりエッチング速度が速く、エッチング処理後は基板表面に凹凸が形成されることになる。エッチング処理中にエッチングによって消滅していない微細結晶は除去処理をほどこす。

【0013】エッチング処理はエッチング液中に浸漬する方法、又はエッチング剤の蒸気中で行う気相法のいずれかを適宜選択してすることができる。

【0014】基板表面上に形成される微小な凹凸の深さ・間隔は、基板の組成・微細結晶の分散状態、エッチング剤の種類・濃度等によって制御することが可能である。

【0015】ディスク基板はその硬度が大きいため、ガラス基板表面を硬度化する必要がなく凹凸間隔が大きい場合は、間隔を調整するため硬質材料(例えばCu、Sn、Ni、Zn、NiO、Ni-Snなど)をコーティング処理(電界メッキ又はスパッタリング)するとよい。この場合硬質材料は表面の凹凸形状にならって膜生成するので、二次元的な凹凸の微細構造はそのまま維持される。

【0016】高密度の記録媒体例えばCo-Cr、Co-Ni等の磁気記録媒体はディスク基板表面上にスパッタリング又はメッキにより施膜され、その上に保護膜をコーティングすることにより磁気記録体すなわち磁気ディスクが完成される。必要に応じて表面の凹凸部分に液体潤滑剤を保持させるとよい。

【0017】本発明の磁気記録ディスクの製造方法としては、ディスク基板上に先ず上記の記録媒体を施膜し、その膜の表面に、上記記録ディスク基板の場合と同様に、微細結晶を均一に分散して表面上にその微細結晶が接触している部分を形成させ、それからエッチング剤により気相又は液相でエッチング処理して、記録媒体の表面に均一で微細な凹凸形状を形成させることも有用である。

【0018】

【作用】上記の構成により、本発明による記録ディスク基板及び磁気記録ディスクの表面は均一で微細な凹凸構造を有しているので、ディスクの回転によってディスク表面に空気の流れ(あらゆる方向からの空気の流れ)が生じ、それが磁気ヘッドに対し浮力抵抗となる。それによって磁気ヘッドは磁気ヘッドクラッシュを起こすことなく基板表面との間隔を極めて小さく保つことが可能となる。

【0019】

【実施例】以下、本発明による記録ディスク基板及び磁

気記録ディスクを、実施例に基づいて具体的に説明する。ディスク基板の材料は次のA基板・B基板の2種類を用いた。

【0020】A基板; 成分組成は、特開昭64-201043号、特願昭63-62970号にそれぞれ示されているガラス基板を使用することが可能であるが本実施例においては次の重量%成分組成のガラス基板を用いた。SiO<sub>2</sub> 62.4、R<sub>2</sub>O 18.1、CaO 0.1、ZnO 11.5、TiO<sub>2</sub> 0.6、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2.9、RO 2.9、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.1、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.3、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.2 (RO: アルカリ土類金属酸化物、R<sub>2</sub>O: アルカリ金属酸化物)

上記A基板の表面を研磨し(Ra 20)、洗浄乾燥を行なった。

【0021】B基板; Ni-Pメッキが下地処理され、その表面が研磨処理(Ra 20)されたアルミ基板

【0022】1、実施例1

ステアリン酸[CH<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>COOH]の微結晶を分散させてテクスチャリング加工を行ったディスク基板を作った。基板はA基板及びB基板を用いた。製造方法は図1に模式的に示す。

【0023】a エタノール中にステアリン酸を過飽和にならぬように溶解飽和させる。

【0024】b 基板をスピナーに取付け、回転させながら上記溶液を基板上に塗布する。これに替えて、溶液中にディッピング及び引上げ(引き上げ速度は20cm/min)する方法も有用である。上記飽和溶液からエタノールが蒸発する過程において、ステアリン酸が結晶析出する。エタノールの蒸発速度は速いのでステアリン酸の結晶成長は進まず微結晶状態で基板上に残留する。液の濃度は飽和溶液ほど残留結晶が緻密なステアリン酸の結晶(100~500オングストローム)が残る。

【0025】c ステアリン酸の結晶粒子は、図1

(c)に示すように、基板の表面上に分散された状態で付着している。

【0026】d エッチング処理を行う。エッチングの方式はHF水又は酸の溶液に浸漬する方式とHF又は酸の蒸気中で行う方式とがあるが、本実施例は前者の方式を用いた。なお、後者の方式は基板上に付着した結晶の基板からの剥離が無く操作上比較的容易なエッチングが可能である。A基板に対してはエッチング液として、Conc. HF: H<sub>2</sub>O=1:40を用いたが、Conc. HF: Conc. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: H<sub>2</sub>O=1:8:32を用いてもよい。B基板に対しては、Conc. HCl: H<sub>2</sub>O=1:50のエッチング液を用いた。上記のそれぞれのエッチング溶液中(容器はテフロン)に常温にて、A基板・B基板を浸漬した。

【0027】e エッチング処理後、煮沸・超音波洗浄を行い、イソプロピルアルコール(IPA)またはフロン蒸気にて乾燥する。基板上の表面構造の断面は同図

(e) に示すとおり、ステアリン酸の結晶が付着している部分と付着していない部分において凹凸が形成されている。

【0028】 f 基板表面上に付着しているステアリン酸の結晶は、エタノールで洗浄除去する。同図 (f) に示すとおり、基板表面には凹凸が形成されている。前記エッチング処理における、エッチング時間と表面粗さ Ra との関係は A 基板につき図 4 に、B 基板につき図 5 に示す (エッチング時間が 5 分までの間においては、Ra はエッチング時間と比例関係にあった)。Ra は 5000

【0029】 なお、A 基板につき、上記 (a) ~ (c) の処理を加えずエッチング処理を行った場合は、A 基板の表面は、図 3 に示すようなパターン (光学顕微鏡観察) を示した。本実施例に示すような均一な凹凸構造は見られない。

#### 【0030】 2、実施例 2

ディスク基板上に記録媒体を施膜し、その後その記録媒体の施膜面をテクスチャリング加工を行った磁気記録ディスクの例を示す。

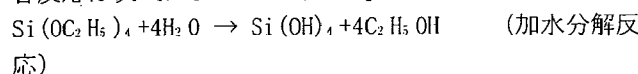
【0031】 基板材料は A 基板を用い、その表面を Ra 20 オングストロームに研磨した後、記録媒体として Cr 及び Co Ni Cr の各磁性膜を順次施膜した。膜厚は Cr 3000 オングストローム、Co Ni Cr 600 オングストロームである。磁性膜の Ra は 25 オングストロームである。

【0032】 この基板上に実施例 1 と同様にステアリン酸の微結晶を分散させてテクスチャリング加工を行った結果 (エッチング時間 45 秒)、磁性膜の表面に Ra 80 ~ 90 オングストロームの凹凸形状が得られた。エッチング時間が 30 秒の場合は Ra 60 オングストロームなのでエッチング時間と Ra は比例関係にある。

#### 【0033】 3、実施例 3

以下ゾルーゲル法によって液相から固体シリカを作りこれをディスク基板 A・B 上に分散した例を示す。ゾルーゲル法は金属アルコキシドの加水分解-脱水縮合重合によって液相から固体のシリカを製造する技術であり、この技術を応用し、ディスク基板平滑面に微細な凹凸構造又は空間構造を形成することを利用したテクスチャリング法である。

【0034】 シリコンアルコキシドの加水分解-脱水縮合反応は次式によって示される。



シリコンアルコキシドは水に不溶性であるため、この場合は共通溶媒としてエタノールを加え、直接混合して反応させた。

【0035】 この反応は系の pH を制御することで異なる生成形態をとる。系の pH が酸性ではシリカの結晶構造は平面構造になる。一方系内の pH がアルカリ性ではシリカの結晶は平面構造にならず、微細な粒状結晶として沈澱する。テクスチャー形成には後者のアルカリ状態下でのシリカの結晶形成が有効であり、pH コントロールによって生成するシリカ結晶粒子の粒径コントロールが可能である。本実施例ではテトラエトキシシラン  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$  (TEOS) を用い、共通溶媒としてはエタノールを用いた。反応させる水はヒドラジンを微量添加 (pH 8 ~ 9) してアルカリ性とした後反応に使用した。

【0036】 モル比として TEOS : エタノール :  $\text{H}_2\text{O}$  = 1 : 1.5 : 1 を加えよく混合する。この状態で放置すると粒状シリカが発生し、溶液が白濁する。基板上で均一に且つ薄くシリカの膜 (シリカが分散している溶液膜) を形成するためには密着性の悪い TEOS をいかに基板上に塗布するかが重要な課題であり、検討の結果エタノール中にニトロセルロースを 5% 溶かし均一塗布に成功した。均一分散の方法は実施例 1 と同様に行う。塗布液を常温でスピンドンし、上記溶液膜を形成するとエタノール溶媒は直ちに蒸発する。バインダー分解のため 5 分間 200 ~ 220 °C に加熱分解し、粒状シリカを残す。 $\text{SiO}_2$  の粒径は 100 ~ 200 オングストロームである。本実施例においてディッピングを行う場合は引上げ速度 20 cm/min により 100 ~ 300 オングストロームの層厚にてコーティングでき、上記同様加熱分解後粒状シリカを残す。上記処理後のエッチング処理は実施例 1 に準ずる。Ra : 50 ~ 500 オングストロームであった。エッチング時間と Ra の関係は実施例 1 とほぼ同じであった。

#### 【0037】 4、実施例 4

基板上に金を昇華によって蒸着させ、金酸化物の微細結晶を分散した実施例を以下に説明する。結晶性の低い金属材料で熱によって容易に昇華する材料の基板への分散は、特にその金属材料が雰囲気中の酸素によって酸化されて金属酸化物となる場合は、良い分散状態が得られることが観察される。金属酸化物の蒸着法は一種の CVD を示す。一般に、金属を蒸着する際には  $10^{-3}$  torr 以下の真空を得なければならない。真空下でバスケット中の金属を加熱するとバスケット内の金属が融解し、蒸発してターゲットの基板上に薄膜を形成する。

【0038】 しかし、真空度が足りない場合、金属は酸素と反応し、酸化物として基板上に堆積する。堆積する酸化物の径は、真空度に依存すると考えられる。真空度が低すぎると、図 2 (a) に示すように、金属酸化物 2 の均一な分散状態は得られない。また真空度が高すぎる

と、同図 (b) に示すように、非常に緻密な金属薄膜3になり、微細結晶の分散状態は得られない。真空度を適宜調整することにより、同図 (c) に示すように、基板1の表面上に粒径が均一の酸化物結晶粒4が均一分散した状態が得られる。基板1の上に堆積した金属酸化物2と基板1との接触・結合の密接強度は全く無く、溶液によるエッチングには耐えられないので気相エッチングを行った。

【0039】本実施例においては、真空容器内を $10^{-1}$ ～ $10^{-2}$  torr に減圧し、容器内に酸素が存在する条件のもとに、金 (Au) 金属の蒸着 (CVD) を行った。基板表面には酸化金 $Au_2O$ の微細結晶が堆積した。この基板をHF蒸気中で気相エッチングを行ない王水で残余の $Au_2O$ を除去した後洗浄乾燥を行った。基板表面のRaは170～500オングストロームであった。エッチング時間とRaの関係は実施例1とほぼ同じであった。

#### 【0040】5、実施例5

以下、金属を高真空状態で基板上に蒸着した後、酸化処理を行った例を示す。1例としてSn、Biについて説明する (Mo、Zr、Cu、Al等も有効である)。スパッタリング又は蒸着により50～200オングストロームの施膜を基板上に施す。スパッタリングの場合は膜は平坦であるが、蒸着の場合は、凹凸のある施膜状態を示す。いずれも空气中で加熱 (100～300℃、1～4hr) すると $Bi_2O_3$ 、 $SnO_2$ に変化する。酸化によって酸化物は粒状 (100～400オングストローム) に形成される。粒形・密着性は酸化条件によって決定される。

【0041】粒子の密着性は強固であり、この状態でもすぐれたテクスチャーを形成するのでエッチング処理を施さなくても記録ディスク基板として有用である。しかし、粒子の密着強度の変化及び粒径変動 (特に磁性膜の高温処理の際) が認められる場合があり、その粒子空間に酸溶液又は酸蒸気によりディスク基板にダイレクトエッチングによるテクスチャー加工を施すことが必要である。処理方法は実施例1に準ずる。Raは500オングストローム以下であった。エッチング時間とRaの関係は実施例1とほぼ同じであった。

#### 【0042】6、実施例6

フォトリソ法及びゾルゲル法の併用による例を示す。半導体IC用ポジ型フォトリソ法及びTEOSを使用し、レジスト中に脱水縮合反応により $SiO_2$ 粒子を析出させ、プリベーク後、希HF水により $SiO_2$ を除去分解し、同時にガラス表面をエッチングすることによりテクスチャリングを行う方法がある。モル比として、ポジ型フォトリソ (4.5cp at 25℃) : TEOS : エタノール :  $H_2O$  (ヒドラジン又は $NH_4$

OHアルカリ性) = 2 : 1 : 1.5 : 1を混合脱水縮合反応を完結させる (粘性3～4cp)。ディッピングの場合引上げ速度20cm/minにて膜厚100～500オングストロームの施膜を行う。

【0043】プリベークは80～85℃、10～30分温風循環乾燥する。膜表面をわずかにアルカリエッチング処理すると ( $H_2O : NH_4OH = 1 : 10$  vol%)、レジスト膜がエッチングされて $SiO_2$ 粒子の一部が表面に露出する。その後、実施例1に準じてエッチング処理を行う。残膜の剥離方法はメタノール、エタノール等のアルコール、アセトン、DMF、セルソルブ等にて浸漬時間1～2分処理するか又はプラズママシン (酸素プラズマ) にて除去する。Raは50～500オングストロームであった。エッチング時間とRaの関係はA基板につき図6に、B基板につき図7に示す。

#### 【0044】

【発明の効果】本発明による記録ディスク基板及び磁気記録ディスクは上記の構成であるから、記録ディスク基板及び磁気記録ディスクの表面に均質でかつ微細な粒子状パターンが微細かつ均一に形成されているので、上記従来の問題点を解消し、優れた磁気記録ディスクが提供される。さらにその粒子径・粒子間距離・凹凸深さなどは、基板組成・マス킹薄膜の種類・膜質とその施膜条件及びエッチング条件を適宜設定することにより制御することが容易であるので、工程管理・品質管理がし易く、量産に最適である。

#### 【0045】

##### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1の製造方法を説明する説明図。

【図2】(a)・(b)・(c)は実施例4におけるディスク基板の表面の断面状態を示す図。

【図3】従来のディスク基板の表面の平面状態を示す図。

【図4】実施例1のエッチング時間とRaとの関係を示す図 (A基板)。

【図5】同上 (B基板)。

【図6】実施例6のエッチング時間とRaとの関係を示す図 (A基板)。

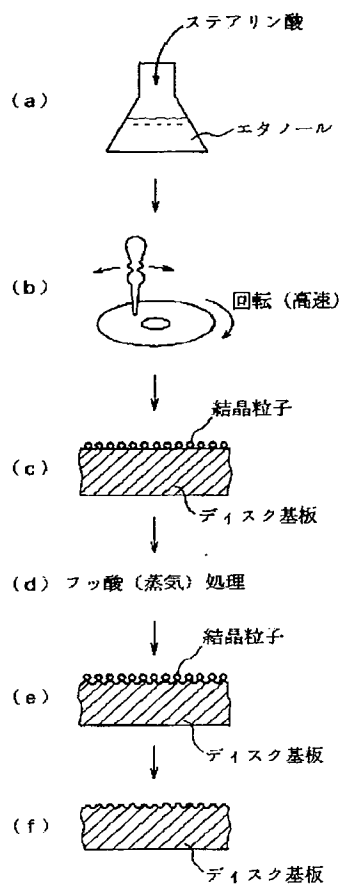
【図7】同上 (B基板)。

【図8】実施例1における基板表面の粒子構造を示す顕微鏡写真。

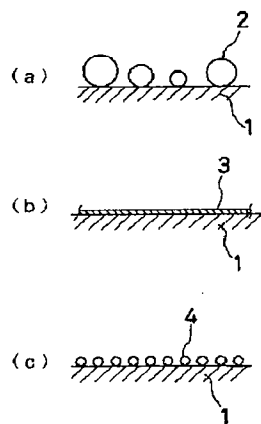
##### 【符号の説明】

- 1 基板
- 2 金属酸化物
- 3 金属薄膜
- 4 金属酸化物結晶粒

【図1】



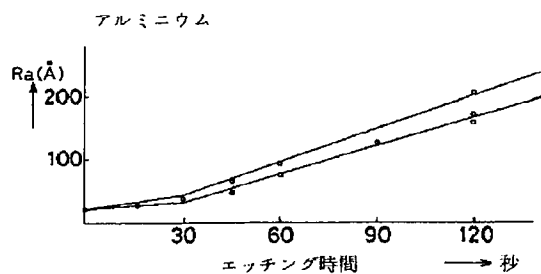
【図2】



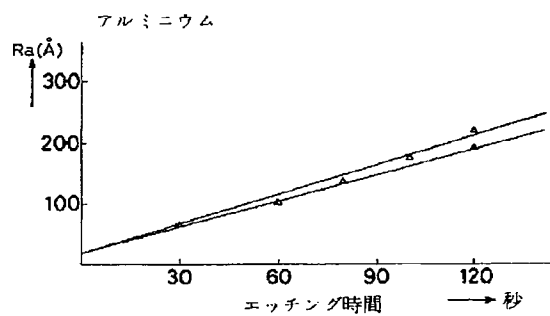
【図3】



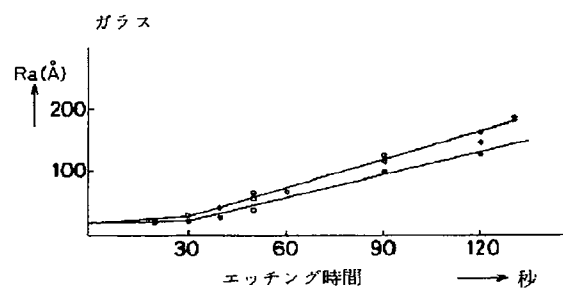
【図7】



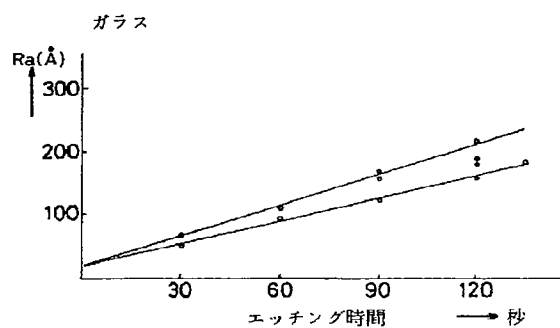
【図5】



【図6】



【図4】



【図 8】

